

## TRANSPARENT MOLDING

Publication number: JP62089902 (A)

Publication date: 1987-04-24

Inventor(s): MORI KAORU; SHIMOYAMA NAOKI; TANIGUCHI TAKASHI

Applicant(s): TORAY INDUSTRIES

Classification:

- international: G02C7/02; C08G59/00; C08G59/18; C08G59/40; C08J7/04; C08L63/00; C09D163/00; G02B1/04; G02B1/11; G02C7/02; C08G59/00; C08J7/00; C08L63/00; C09D163/00; G02B1/04; G02B1/10; (IPC1-7): C08G59/18; C08G59/40; C09D3/58; G02B1/04

- European:

Application number: JP19860024870 19860206

Priority number(s): JP19850056114 19850322; JP19850058513 19850325;  
JP19850089461 19850425; JP19850132813 19850618

Also published as:

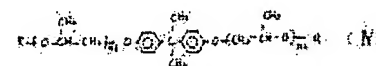
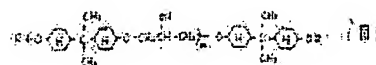
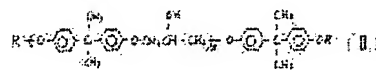
JP7007123 (B)

JP1979240 (C)

## Abstract of JP 62089902 (A)

**PURPOSE:** To improve wear resistance, impact resistance, chemical resistance, flexibility and heat resistance by coating a cured transparent film consisting of a compsn. contg. a multifunctional epoxy resin and pulverized antimony oxide particle in a specific org. silicon compd. and/or the hydrolyzate thereof on the surface of a transparent base body. **CONSTITUTION:** The cured transparent film consisting of the compsn. contg. 10-300pts.wt. multifunctional epoxy resin having an arom. ring and/or aliphatic ring and 25-800pts.wt. pulverized antimony oxide particle having preferably 5-100mm average particle size in 100pts.wt. org. silicon compd. and/or the hydrolyzate thereof expressed by the formula (I) is coated on the surface of the transparent base body. The concrete representative example of the org. silicon compd. and/or the hydrolyzate thereof expressed by the formula (I) includes methyl silicate, ethyl silicate, etc. The transparent base body is preferably plastic having the arom. ring at the main chain and/or side chain and having  $n_D^{20} \geq 1.55$  refractive index. Antimony pentaoxide is preferably used in terms of toxicity, etc., for the pulverized antimony oxide particle. The representative example of the multifunctional epoxy resin includes the resins expressed by the formulas (II)-(IV).

**【発明の詳細な説明】**  
（式中、R<sup>1</sup>、R<sup>2</sup>はそれぞれアルキル基、アルケニル基、アリール基、またはハロゲン基、エポキシ基、グリシドキシ基、アミノ基、メルカプト基、メタクリルオキシ基等であり、R<sup>3</sup>は芳香族または脂肪族基から選ばれたものであり、R<sup>1</sup>、R<sup>2</sup>はそれぞれ環状であっても開環であってもよい、R<sup>3</sup>は加水分解性基であり、aおよびbは0または1である）



（ここでR<sup>1</sup>はグリシドキシ基、a、b、R<sup>3</sup>およびR<sup>2</sup>は0～1.5の数値）。

Data supplied from the esp@cenet database — Worldwide

## ⑫ 公開特許公報 (A)

昭62-89902

⑤ Int. Cl.<sup>4</sup> 識別記号 庁内整理番号 ④ 公開 昭和62年(1987)4月24日  
 G 02 B 1/04 7915-2H  
 C 08 G 59/18 NK V B-6561-4J  
 59/40 NK B A-6561-4J  
 C 09 D 3/58 P J P 6516-4J 審査請求 未請求 発明の数 2 (全15頁)

⑬ 発明の名称 透明成形体

⑭ 特 願 昭61-24870

⑮ 出 願 昭61(1986)2月6日

優先権主張 ⑯ 昭60(1985)3月22日 ⑰ 日本(J P) ⑱ 特願 昭60-56114  
 ⑲ 昭60(1985)3月25日 ⑳ 日本(J P) ㉑ 特願 昭60-58513  
 ㉒ 昭60(1985)4月25日 ㉓ 日本(J P) ㉔ 特願 昭60-89461  
 ㉕ 昭60(1985)6月18日 ㉖ 日本(J P) ㉗ 特願 昭60-132813

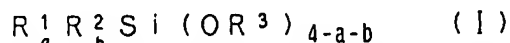
⑳ 発 明 者 森 薫 大津市園山1丁目1番1号 東レ株式会社滋賀事業場内  
 ㉑ 発 明 者 下 山 直 樹 大津市園山1丁目1番1号 東レ株式会社滋賀事業場内  
 ㉒ 発 明 者 谷 口 孝 大津市園山1丁目1番1号 東レ株式会社滋賀事業場内  
 ㉓ 出 願 人 東 レ 株 式 会 社 東京都中央区日本橋室町2丁目2番地

## 明 細 書

1. 発明の名称 透明成形体

2. 特許請求の範囲

(1) 透明基体の表面に下記一般式 (I) で表わされる有機ケイ素化合物および/またはその加水分解物100重量部に対し、芳香環および/または脂肪族環を有する多官能エポキシ樹脂が10~300重量部および平均粒子径が1~200nmの酸化アンチモン微粒子が25~800重量部を含有する組成物からなる硬化透明膜が被覆されてなる透明成形体。



(式中R<sup>1</sup>、R<sup>2</sup>は各々アルキル基、アルケニル基、アリール基、またはハロゲン基、エポキシ基、グリシドキシ基、アミノ基、メルカプト基、メタクリルオキシ基あるいはシアノ基を有する炭化水素基から選ばれる1種以上であり、R<sup>1</sup>、R<sup>2</sup>はそれぞれ同種であっても異種であってもよい。、R<sup>3</sup>は加水分解性基であり、aおよびbは0または1である)

(2) 透明基体がプラスチックである特許請求の範囲第(1)項記載の透明成形体。

(3) プラスチックの屈折率が1.54~1.70である特許請求の範囲第(2)項記載の透明成形体。

(4) 透明基体が無機セラミックスである特許請求の範囲第(1)項記載の透明成形体。

(5) 表面の少なくとも1部に透明導電膜を有する無機セラミックスである特許請求の範囲第(4)項記載の透明成形体。

(6) 酸化アンチモン微粒子が五酸化アンチモンである特許請求の範囲第(1)項記載の透明成形体。

(7) 透明基体がハロゲン原子(フッ素を除く)を含むプラスチックである特許請求の範囲第(1)項記載の透明成形体。

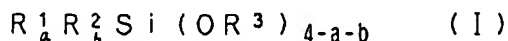
(8) 硬化透明膜が遷移金属化合物および/またはその反応生成物を有する特許請求の範囲第(1)項記載の透明成形体。

(9) 遷移金属化合物および/またはその反応生成物がCu、Ni、Mn、Co、Feから選ばれる少なくとも一種以上の金属キレート化合物であ

る特許請求の範囲第(8)項記載の透明成形体。

(ii) 遷移金属化合物および／またはその反応生成物が一重項酸素クエンチャーとしての機能を有しているものである特許請求の範囲第(9)項記載の透明成形体。

(iii) 透明基体の表面に下記一般式(Ⅰ)で表わされる有機ケイ素化合物および／またはその加水分解物100重量部に対し、芳香環および／または脂肪族環を有する多官能エポキシ樹脂が10～300重量部および平均粒子径が1～200 nmの酸化アンチモン微粒子が25～800重量部を含有する組成物からなる硬化透明膜を設けた上に無機酸化物からなる透明膜が被覆されてなることを特徴とする透明成形体。



(式中 $R^1$ 、 $R^2$ は各々アルキル基、アルケニル基、アリール基、またはハロゲン基、エポキシ基、グリシドキシ基、アミノ基、メルカプト基、メタクリルオキシ基あるいはシアノ基を有する炭化水素基から選ばれる1種以上であり、 $R^1$ 、 $R^2$ は

それぞれ同種であっても異種であってもよい、 $R^3$ は加水分解性基であり、aおよびbは0または1である)

(iv) 無機酸化物が $SiO_2$ 、 $Al_2O_3$ 、 $Yb_2O_3$ 、 $ZrO_2$ から選ばれた少なくとも一種以上を含む特許請求の範囲第(11)項記載の透明成形体。

(v) 無機物からなる透明膜が2層以上の多層膜である特許請求の範囲第(11)項記載の透明成形体。

(vi) 無機物からなる透明膜が反射防止膜である特許請求の範囲第(11)項記載の透明成形体。

(vii) 透明成形体が光学用物品である特許請求の範囲第(11)項記載の成形体。

(viii) 光学用物品が眼鏡用レンズである特許請求の範囲第(11)項記載の透明成形体。

(ix) 無機酸化物からなる透明膜が真空蒸着にて成形されたものであることを特徴とする特許請求の範囲第(11)項記載の透明成形体。

### 3. 発明の詳細な説明

[発明の技術分野]

本発明は耐すり傷性、耐摩耗性、耐衝撃性、耐

薬品性、可撓性、耐熱性、耐光性、耐候性などに優れ、染色品については、その耐光堅牢性が良好な眼鏡用レンズ、カメラ用レンズなどの光学用に適した透明成形体に関するものである。

[従来技術]

プラスチックレンズに代表されるプラスチック成形体は、極めて優れた耐衝撃性及び透明性を有しかつ軽量であり、染色も容易であることから、近年大巾に需要が増えている。しかしプラスチックレンズは無機ガラスに較べて表面硬度が低く、傷が付き易いという欠点がある。また一方では、プラスチックレンズは一般に無機ガラスに較べて機械的強度が低いためにレンズ中心厚みを厚くしなければならず、また一般に無機ガラスと較べると屈折率が低いために特に近視用の高度数レンズにおいては端部が著しく厚く、見えが悪くファッション性を問題にして着用を敬遠される傾向があるという重大な欠点がある。

前者の傷つき易さの欠点を改良しようとする試みはすでに数多く提案されている。例えばプラス

チック基材表面に $SiO_2$ などの無機物を真空蒸着により被覆する方法(特開昭58-204031号公報)やプラスチック基材の表面にポリオルガノシラン系ハードコート膜やアクリル系ハードコート膜を設ける方法(USP3,986,997、USP4,211,823、特開昭57-168922号公報、特開昭59-38262号公報、特開昭59-51908号公報、特開昭59-51954号公報、特開昭59-78240号公報、特開昭59-89368号公報、特開昭59-102964号公報、特開昭59-109528号公報、特開昭59-120663号公報、特開昭59-155437号公報、特開昭59-174629号公報、特開昭59-193969号公報、特開昭59-204669号公報)が開示されている。一方後者の欠点すなわちマイナスの高度数レンズにおいてと端部が著しく厚くなり見えが悪い点の改良を目的に近年はプラスチック基材の屈折率を上げることが検討され多くの提案がなされている(特公昭58-17527号公

報、特公昭58-14449号公報、特開昭57-28117号公報、特開昭57-54901号公報、特開昭57-102601号公報、特開昭57-104901号公報、特開昭58-18602号公報、特開昭58-72101号公報、特開昭59-87124号公報、特開昭59-93708号公報、特開昭59-96109号公報）。

前記従来技術である $\text{SiO}_2$ などの無機物の真空蒸着による表面硬度の改良は高硬度である反面、基材との密着性、耐熱性、耐衝撃性、耐熱水性、耐光性などを低下させる大きな問題がある。またプラスチックレンズの有する特徴のひとつである染色性を無くするといった重大な欠点もある。

特開昭59-38262号公報、特開昭59-51908号公報などに開示されているシラン系およびアクリル系のハードコート膜を設ける技術は耐熱性、耐衝撃性、染色性に優れる反面、膜厚を均一にコントロールすることは困難であり、屈折率が1.55以上の基材に適用すると、従来から用いられてきた屈折率が1.55未満のプラス

チックレンズ基材では問題にならなかった基材とハードコート膜の屈折率の差による干渉縞が生じ、外観が悪くなる。この問題点はハードコート膜の屈折率を基材の屈折率に近づけることにより解消され特開昭57-168922号公報には高屈折率を有する五酸化アンチモンゾルと有機ケイ素化合物からなるコーティング用組成物について開示されている。しかしこの技術は染色性に大きな欠点を有する。

またプラスチックの表面硬度と反射防止性の両者を向上、改良する目的でプラスチック基材上に1ミクロン前後の $\text{SiO}_2$ を真空蒸着により被覆し、さらにその上に多層膜の反射防止膜をコートする方法が開示されている。（特開昭56-113101号公報）。

さらには特開昭59-48702号公報、特開昭59-78301号公報、特開昭59-78304号公報にはプラスチック基材の表面にポリオルガノシラン系ハードコート膜あるいは、エポキシ樹脂硬化膜を施した上に、無機物からなる反射

防止膜をコートする方法が開示されている。

特開昭56-113101号公報に開示されている技術は、高硬度で反射防止性を有している反面、密着性、耐熱性、耐衝撃性、耐熱水性、耐候性などを低下させ大きな問題である。

特開昭59-48702号公報、特開昭59-78301号公報、特開昭59-78304号公報に開示されている技術は、反射防止性を有する反面、基材に対する密着性が不十分で傷が深く、かつ太く発生し使用上において大きな欠点を有する。さらには水、アルコールなどに浸されやすい、熱水浸漬後の密着性、耐候密着性などに大きな問題がある。

〔発明が解決しようとする問題点〕

本発明者らは、上記の問題点を解決するために鋭意検討した結果、以下に述べる本発明に到達した。

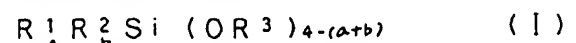
すなわち本発明は耐すり傷性、耐摩耗性、耐衝撃性、耐薬品性、可撓性、耐熱性、耐光性、耐候性、染色性に優れ、染色品についてはその耐

光堅牢度が良好な透明成形体を提供するものである。さらに他の目的としては芳香環やハロゲン原子を含む（フッ素を除く）屈折率の高いプラスチックに干渉縞による外観不良を生じることなく、前記の特性を付与することができる透明成形体を提供するものである。また、本発明の他の目的は耐久性、耐熱性を有する反射防止性に優れた透明成形体を提供するにある。

〔問題点を解決するための手段〕

すなわち本発明の第1の発明は、次の構成からなる。

透明基材の表面に下記一般式(Ⅰ)で表わされる有機ケイ素化合物および／またはその加水分解物100重量部に対し、芳香環および／または脂肪族環を有する多官能エポキシ樹脂が10～300重量部および平均粒子径が1～200 $\mu\text{m}$ の酸化アンチモン微粒子が25～800重量部を含有する組成物からなる硬化透明膜が被覆されてなる透明成形体に関するものである。



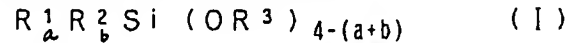
(式中 $R^1$ 、 $R^2$ は各々アルキル基、アルケニル基、アリール基、またはハロゲン基、エポキシ基、グリシドキシ基、アミノ基、メルカプト基、メタクリルオキシ基あるいはシアノ基を有する炭化水素基から選ばれる1種以上であり、 $R^1$ 、 $R^2$ はそれぞれ同種であっても異種であってもよい。、 $R^3$ は加水分解性基であり、 $a$ および $b$ は0または1である。)

さらに好ましくは、前記組成物中に遷移金属化合物および/またはその反応生成物が含有されてなる透明膜が被覆されてなる透明成形体に関するものである。

また第2の発明は透明基体の表面に前記第1の発明あるいは第1の発明からなる硬化透明被膜を設けた上に無機酸化物からなる透明膜が被覆されてなることを特徴とする透明成形体に関するものである。

本発明は光学用に適した透明成形体に関するものであって透明基体の表面に(A)下記一般式(I)で表わされる有機ケイ素化合物および/ま

たはその加水分解物100重量部に対し、(B)芳香環および/または脂肪族環を有する多官能エポキシ樹脂が10~300重量部および(C)平均粒子径が1~200 $\mu$ mの酸化アンチモン微粒子が25~800重量部を含有する組成物からなる硬化透明膜が被覆されてなる透明成形体およびその製造法に関するものである。

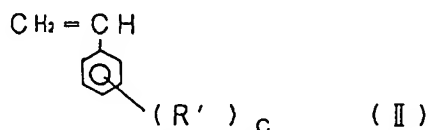


(式中 $R^1$ 、 $R^2$ は各々アルキル基、アルケニル基、アリール基、またはハロゲン基、エポキシ基、グリシドキシ基、アミノ基、メルカプト基、メタクリルオキシ基あるいはシアノ基を有する炭化水素基から選ばれる1種以上であり、 $R^1$ 、 $R^2$ は同種であっても異種であってもよい。、 $R^3$ は加水分解性基であり、 $a$ および $b$ は0または1である。)

本発明における透明基体としては無機ガラス、各種プラスチック、例えばアクリル樹脂、ポリカーボネート、ジエチレングリコールビスアリルカーボネートポリマー、(ハロゲン化)ビスフェノ

ールAのジ(メタ)アクリレートポリマーおよびその共重合体、(ハロゲン化)ビスフェノールAのウレタン変性ジ(メタ)アクリレートポリマーおよびその共重合体などが好ましく使用される。特に光の干渉効果による虹発生の防止という点から基材の屈折率が1.55以上のものに好ましく適用される。なかでも主鎖および/または側鎖に芳香環を有し、かつ屈折率が1.55以上のプラスチックへの適用が好ましい。

ここで主鎖および/または側鎖に芳香環を有し、かつ屈折率が1.55以上の樹脂とは、例えば下記一般式(II)で示されるスチレン誘導体の重合体



(ここで、 $R'$ はフッ素を除くハロゲン基、メチル基、エチル基、メトキシ基、アミノ基、ニトロ基、フェニル基、フェノキシ基を表わし、 $c$ は0~5の整数であり、 $c \geq 2$ の時、 $R'$ は同種で

あっても、異種であってもよい)、フェノールまたは各種置換フェノール、あるいはそれらのエチレンオキシドまたはプロピレンオキシド付加物の(メタ)アクリル酸エステル類の重合体、ビスフェノールまたは置換ビスフェノールあるいはそれらのエチレンオキシドまたはプロピレンオキシド付加物の(メタ)アクリル酸エステル類やジ(メタ)アクリル酸エステル類の重合体、さらには水酸基を有するモノ(メタ)アクリル酸エステル類と各種イソシアネート化合物との付加反応物の重合体、ビスフェニル骨格を有する(メタ)アクリル酸エステル類またはジ(メタ)アクリル酸エステル類の重合体、ベンジルアルコールまたは各種置換ベンジルアルコール類の(メタ)アクリル酸エステル類の重合体、ジビニルベンゼンまたは各種置換ジビニルベンゼン類の重合体、さらにはビスフェノールA型エポキシ樹脂、ビスフェノールF型エポキシ樹脂などがその具体例として挙げられるが、芳香環を有する屈折率が1.55以上の樹脂であれば特に限定されことなく好ましく用い



シル)ブチルトリエトキシシランなどのトリアルコキシシラン、トリアシルオキシシランまたはトリフェノキシシラン類またはその加水分解物およびジメチルジメトキシシラン、フェニルメチルジメトキシシラン、ジメチルジエトキシシラン、フェニルメチルジエトキシシラン、γ-クロロプロピルメチルジメトキシシラン、γ-クロロプロピルメチルジエトキシシラン、ジメチルジアセトキシシラン、γ-メタクリルオキシプロピルメチルジメトキシシラン、γ-メタクリルオキシプロピルメチルジエトキシシラン、γ-メルカプトプロピルメチルジメトキシシラン、γ-メルカプトプロピルメチルジエトキシシラン、γ-アミノプロピルメチルジメトキシシラン、γ-アミノプロピルメチルジエトキシシラン、メチルビニルジメトキシシラン、メチルビニルジエトキシシラン、グリシドキシメチルメチルジメトキシシラン、グリシドキシメチルメチルジエトキシシラン、α-グリシドキシエチルメチルジメトキシシラン、α-グリシドキシエチルメチルジエトキシシラン、β-

γ-グリシドキシエチルメチルジメトキシシラン、β-グリシドキシエチルメチルジエトキシシラン、α-グリシドキシプロピルメチルジメトキシシラン、α-グリシドキシプロピルメチルジエトキシシラン、β-グリシドキシプロピルメチルジメトキシシラン、β-グリシドキシプロピルメチルジエトキシシラン、γ-グリシドキシプロピルメチルジメトキシシラン、γ-グリシドキシプロピルメチルジエトキシシラン、γ-グリシドキシプロピルメチルジプロポキシシラン、γ-グリシドキシプロピルメチルジブトキシシラン、γ-グリシドキシプロピルメチルジメトキシエトキシシラン、γ-グリシドキシプロピルメチルジフェノキシシラン、γ-グリシドキシプロピルエチルジメトキシシラン、γ-グリシドキシプロピルエチルジエトキシシラン、γ-グリシドキシプロピルエチルジプロポキシシラン、γ-グリシドキシプロピルビニルジメトキシシラン、γ-グリシドキシプロピルビニルジエトキシシラン、γ-グリシドキシプロピルフェニルジメトキシシラン、γ-グリシ

ドキシプロピルフェニルジエトキシシラン、などジアルコキシシランまたはジアシルオキシシラン類またはその加水分解物がその例である。

これらの有機ケイ素化合物は1種または2種以上添加することも可能である。とくに染色性付与の目的にはエポキシ基、グリシドキシ基を含む有機ケイ素化合物の使用が好適である。

これらの有機ケイ素化合物はキュア温度を下げ、硬化をより進行させるためには加水分解して使用することが好ましい。

加水分解は純水または塩酸、酢酸あるいは硫酸などの酸性水溶液を添加、攪拌することによって製造される。さらに純水、あるいは酸性水溶液の添加量を調節することによって加水分解の度合をコントロールすることも容易に可能である。加水分解に際しては、一般式(Ⅰ)の加水分解性基と等モル以上、3倍モル以下の純水または酸性水溶液の添加が硬化促進の点で特に好ましい。

加水分解に際しては、アルコール等が生成してくるので、無溶媒で加水分解することが可能であ

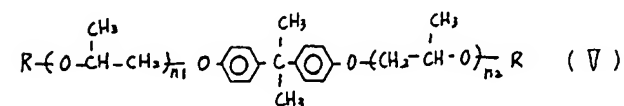
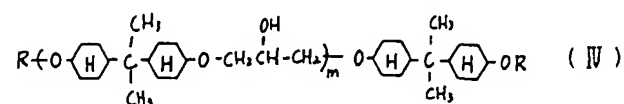
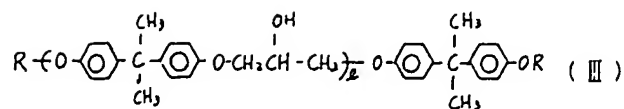
るが、加水分解をさらに均一に行なう目的で有機ケイ素化合物と溶媒を混合した後、加水分解を行なうことも可能である。また目的に応じて加水分解後のアルコール等を加熱および/または減圧下に適量除去して使用することも可能であるし、その後に適当な溶媒を添加することも可能である。これらの溶媒としてはアルコール、エステル、エーテル、ケトン、ハロゲン化炭化水素あるいはトルエン、キシレンなどの芳香族炭化水素などの溶媒が挙げられる。またこれらの溶媒は必要に応じて2種以上の混合溶媒として使用することも可能である。また、目的に応じて加水分解反応を促進し、さらに予備縮合等の反応を進めるために室温以上に加熱することも可能であるし、予備縮合を抑えるために加水分解温度を室温以下に下げても可能であることは言うまでもない。

本発明における平均粒子径1~200 nmの酸化アンチモン微粒子としては三酸化アンチモンおよび/または五酸化アンチモンの水および/またはアルコールなどの有機溶媒にコロイド状に分散

させた酸化アンチモンゾルが具体的な例として挙げられる。本発明の目的のためには平均粒子径1~200 mμのものが使用されるが、好ましくは5~100 mμの粒子径のものが使用される。平均粒子径が200 mμを超えるものは、生成塗膜の透明性が悪く、濁りの大きなものしか得られない。また毒性などの点から五酸化アンチモンが好ましく使用される。

また酸化アンチモン微粒子の分散性を改良するために各種の界面活性剤やアミンを添加してあっても何ら問題はない。さらには酸化アンチモン微粒子を酸化ジルコンなどの他の無機酸化物で被覆されていてもよい。

本発明における芳香環および/または脂肪族環を有する多官能エポキシ樹脂の代表的な例を挙げると下記一般式(Ⅲ)、(Ⅳ)および(Ⅴ)で示されるエポキシ樹脂を挙げることができる。



(ここでRはグリシジル基、l、m、n<sub>1</sub>、およびn<sub>2</sub>は0~15の整数)。

一般式(Ⅲ)、(Ⅳ)および(Ⅴ)で表わされるエポキシ樹脂におけるエポキシ当量としてはとくに限定されないが、他成分との相溶性、取り扱い易さなどの観点から400以下のものが好ましく使用される。

本発明の被膜形成時に使用されるコーティング組成物には、硬化促進、低温硬化などを可能とする目的で各種の硬化剤が併用可能である。硬化剤としては各種エポキシ樹脂硬化剤、あるいは各種

有機ケイ素樹脂硬化剤などが使用される。

これら硬化剤の具体的な例としては、各種の有機酸およびそれらの酸無水物、窒素含有有機化合物、各種金属錯化合物あるいは金属アルコキシドさらにはアルカリ金属の有機カルボン酸塩、炭酸塩などの各種塩が挙げられる。これらの硬化剤は2種以上混合して使用することも可能である。これら硬化剤の中でも本発明の目的には、塗料の安定性、コーティング後の塗膜の着色の有無などの点から、とくに下記に示すアルミニウムキレート化合物が有用である。

ここでいうアルミニウムキレート化合物とは、例えば一般式AlX<sub>n</sub>Y<sub>3-n</sub>で示されるアルミニウムキレート化合物である。

ただし式中

XはOL(Lは低級アルキル基)、Yは一般式M<sup>1</sup>COCH<sub>2</sub>COM<sup>2</sup>(M<sup>1</sup>、M<sup>2</sup>はいずれも低級アルキル基)で示される化合物に由来する配位子および一般式M<sup>3</sup>COCH<sub>2</sub>COOM<sup>4</sup>(M<sup>3</sup>、M<sup>4</sup>はいずれ

も低級アルキル基)で示される化合物に由来する配位子から選ばれる少なくとも1つであり、nは0、1または2である。

本発明の硬化剤として特に有用な一般式AlX<sub>n</sub>Y<sub>3-n</sub>で示されるアルミニウムキレート化合物としては、各種の化合物をあげ得るが、組成物への溶解性、安定性、硬化触媒としての効果などの観点からとくに好ましいのは、アルミニウムアセチルアセトネート、アルミニウムビスエチルアセトアセテートモノアセチルアセトネート、アルミニウムγ-ブトキシド-モノエチルアセトアセテート、アルミニウムγ-isopropoxyド-モノメチルアセトアセテートなどである。これらは2種以上を混合して使用することも可能である。

次に本発明組成物から得られる被膜は各種染料、とくに分散染料にて容易に染色が可能であるが、染色品の耐光堅牢度を向上させる目的から各種の遷移金属化合物またはその反応生成物の添加されていることが好ましい。



これらの金属化合物の具体的な例としては、例えばアセチルアセトナート金属塩、ビスジチオール- $\alpha$ -ジケトン金属塩、ビスフェニルチオール金属塩、ビスフェニルジチオール金属塩、チオカテコール金属塩、ジチオカルバミン酸金属塩、サリチルアルデヒドオキシム金属塩、チオビスフェノレート金属塩、亜ホスホン酸金属塩が挙げられる。中でもアセチルアセトナートキレート化合物が塗料中での安定性が良好であり好ましく用いられる。これらの遷移金属化合物の添加量としては、透明成形体の用途、希釈溶剤の種類や他成分の種類により実験的に定められるべきであるが、溶解性、塗膜の白化などの点から生成塗膜中に0.001~10重量%の範囲で好ましく用いられる。0.001重量%より少ないと添加の効果が得られず10重量%以上の添加は塗膜のくもりが激しく好ましくない。またこれら遷移金属化合物は塗膜生成途中に何らかの化学変化によって金属の結合形態が変化しても何ら問題はないが、より大きな効果を得るためにはキレート化合物として塗膜

低下させる目的で各種の界面活性剤を使用することも可能であり、特にジメチルシロキサンとアルキレンオキシドとのブロックまたはグラフト共重合体、さらにはフッ素系界面活性剤などが有効である。また染料や充填材を分散させたり、有機ポリマーを溶解させて、塗膜を着色させたり、塗布性、基材との密着性、物性向上などコーティング剤としての実用性を改善させることも容易に可能である。

さらに耐候性を向上させる目的で紫外線吸収剤または耐熱劣化向上法として酸化防止剤を添加することも容易に可能である。

本発明の被膜は、前記コーティング組成物を硬化させることによって得られるが硬化は加熱処理することによって行なわれる。なお、加熱温度は従来のコーティング組成物の場合よりもかなり広範囲で使用でき、50~250℃で十分に良好な結果が得られる。

本発明の透明基体上に塗布される被膜の塗布手段としては、刷毛塗り、浸漬塗り、ロール塗り、

中に含まれていることが好ましい。

本発明における透明基体の表面に被覆される硬化透明膜に含まれる(A)、(B)および(C)成分の各成分の含まれる量は(A)100重量部に対して(B)10~300重量部、(C)は25~800重量部であることが必要である。すなわち、(B)成分が10重量部より少ない場合には染色性不良、反射干渉縞発生などの問題がある。また300重量部を越えると十分な表面硬度が得られない。一方、(C)成分が25重量部より少ないと反射干渉縞不良、耐候性不良などの問題があり、800重量部を越えるとヘーズが高くなり、透明性が低下し、表面にクラックが発生する、さらには密着性不良などの問題がある。

なお、本発明における有機ケイ素化合物の固形分は一般式 $R_aR_bSi(OR^3)_{4-a-b}$ において、 $R_aR_bSiO_{(4-a-b)/2}$ として計算される。

本発明の被膜形成時に使用されるコーティング組成物には、塗布時におけるフローを向上させ、塗膜の平滑性を向上させて塗膜表面の摩擦係数を

スプレー塗装、スピン塗装、流し塗りなどの通常行なわれる塗布方法が容易に使用可能である。

本発明におけるコーティング組成物の塗布にあたっては、清浄化、密着性、耐水性等の向上を目的として各種の前処理を施すことも有効な手段であり、とくに好ましく用いられる方法としては活性化ガス処理、薬品処理などが挙げられる。

また本発明被膜中には染色性、耐候性、硬度向上などを目的に各種化合物の添加が可能である。かかる添加可能なものの具体例としては各種脂肪族系エポキシ樹脂、アクリル系樹脂、ポリビニルアルコール、セルロース系ポリマーなどの有機高分子あるいは反応性有機化合物がある。さらには酸化ケイ素、酸化ジルコン、酸化チタンなどの無機酸化物微粒子、中でも相溶性、透明性の点から各種分散媒に分散されたゾルが好ましく使用され得る。

前記の活性化ガス処理とは、常圧もしくは減圧下において生成するイオン、電子あるいは励起された気体である。これらの活性化ガスを生成させ

る方法としては、例えばコロナ放電、減圧下での直流、低周波、高周波あるいはマイクロ波による高電圧放電などによるものである。

特に減圧下での高周波放電によって得られる低温プラズマによる処理が再現性、生産性などの点から好ましく使用される。

ここで使用されるガスは特に限定されるものではないが、具体例としては酸素、窒素、水素、炭酸ガス、二酸化硫黄、ヘリウム、ネオン、アルゴン、フロン、水蒸気、アンモニア、一酸化炭素、塩素、一酸化窒素、二酸化窒素などが挙げられる。

これらは一種のみならず、二種以上混合しても使用可能である。前記の中で好ましいガスとしては、酸素を含んだものが挙げられ、空気などの自然界に存在するものであってもよい。さらに好ましくは、純粋な酸素ガスが密着性向上に有効である。さらには同様の目的で前記処理に際しては被処理基材の温度を上げることも可能である。

一方、薬品処理の具体例としては苛性ソーダなどのアルカリ処理、塩酸、硫酸、過マンガン酸カ

リウム、重クロム酸カリウムなどの酸処理、芳香環を有する有機溶剤処理などが挙げられる。

以上の前処理は連続的、または段階的に併用して実施することも充分可能である。薬品処理の中で、とくに密着性向上には、重クロム酸カリウム／硫酸の混液が有効である。

本発明における被膜の膜厚はとくに限定されるものではない。しかし、接着強度の保持、硬度などの点から0.1ミクロン～20ミクロンの間で好ましく用いられる。特に好ましくは0.4ミクロン～10ミクロンである。また、被膜の塗布にあたって、作業性、被膜厚さ調節などから各種溶剤により、希釈して用いられるが希釈溶剤としては例えば水、アルコール、エステル、エーテル、ハロゲン化炭化水素、ジメチルホルムアミド、ジメチルスルホキシドなどが目的に応じて種々使用が可能であり、必要に応じて混合溶媒を使用することもできる。しかし、酸化アンチモンの分散性などの点から、水、アルコール、ジメチルホルムアミド、エチレングリコール、ジエチレングリコ

ール、トリエチレングリコール、ベンジルアルコール、フェネチルアルコール、フェニルセロソルブなどが好ましく用いられる。

さらに第2の発明は前記の第1の発明である透明基体の表面に酸化アンチモン微粒子を含む硬化透明被膜上に無機酸化物からなる透明膜を設けることを特徴とする透明成形体に関するものである。

これらの透明膜は適当な組合せを行なうことによって反射防止性を付与することも、反射増加性を与えることもできる。透明膜の形成に際しては前もって、前述の活性化ガス処理、薬品処理などを施してもよい。中でも、活性化ガスによる表面処理は後述する真空蒸着、イオンプレーティングなどと分けて行なうことも可能であるが同一チャンバー内で行なわれることが生産性向上ばかりでなく接着性をより一段と向上させるのに有効である。かかる活性化ガス処理を適用する場合には、処理条件としては酸化アンチモンを含む被膜の組成物、硬化条件、膜厚、染色の有無などによって

それぞれ最適化されるべきであり実験的に定められるべきものである。本発明の無機酸化物からなる透明膜は、単層であっても多層であってもよいが酸素ガスバリアー性のある無機酸化物からなる透明膜であることが好ましく、さらには前述被膜の上に第1層として被覆することが特に好ましい。

また本発明の最も好ましい実施態様としては、酸化アンチモンを含む被膜をあらかじめ分散染料などを用いて染色したのち、前記の無機酸化物からなる透明膜を設けてなるものが挙げられる。

かかる無機酸化物からなる透明膜を形成する物質としては、本質的に硬度の高い物質が好ましく使用され各種の無機酸化物が用いられる。かかる無機酸化物としては金属あるいは半金属の酸化物が含まれる。とくに好ましく使用される無機酸化物としては以下に定義される酸素透過係数が $20 \times 10^{-11} \text{ cm}^3 \cdot \text{cm} / \text{cm}^2 \cdot \text{sec} \cdot \text{cmHg}$ 以下の透明膜を形成し得るものである。ここで酸素透過係数とは酸素ガスの透過性を表わす尺度であり、次のように定義される値である。すなわち、厚さ1cmの

平板の表面において単位面積 ( $\text{cm}^2$ ) あたり、酸素分圧差を  $1 \text{ cmHg}$  かけた時の単位時間 ( $\text{sec}$ ) あたり透過する酸素量 ( $\text{cm}^3$ ) である。

かかる無機酸化物の中でも、染色耐光堅牢度向上の観点から、 $\text{SiO}_2$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Yb}_2\text{O}_3$ 、 $\text{ZrO}_2$  がとくに好ましく使用される。これらの無機酸化物は他の無機酸化物との混合、さらには重ね合わせによる複層膜化などの種々の実施態様が可能である。

これらの実施態様の中でとくに眼鏡レンズ用、カメラレンズ用に好ましく適用される例としては前記の無機酸化物を適当に組み合わせ、目的によっては他の無機物をも併用して、反射防止性を付与することが挙げられる。さらに好ましい実施態様としては透明基体の表面に形成された酸化アンチモン微粒子を  $5 \sim 80$  重量% 含有する被膜を分散染料等で染色したのち、前記の反射防止性を付与せしめたものが挙げられる。

反射防止膜は、単層であつても多層であつてもよいが、反射防止効果の点から2層以上の多層膜が好ましく適用される。

#### [ 実施例 ]

##### 実施例 1

###### (1) 被コーティング樹脂の調製

テトラブロムビスフェノールAのエチレンオキサイド2モル付加体に1モルのアクリル酸をエステル化により結合させた水酸基含有化合物1モルに対し、ヘキサメチレンジイソシアネートを0.9モル付加させた多官能アクリレートモノマーを含むモノマー70部とスチレン30部をイソプロピルパーオキシドを重合開始剤としてキャスト重合した基材を低温プラズマ処理を行ない、表面処理された基材を得た。得られた樹脂の屈折率は1.6であった。

###### (2) コーティング組成物の調製

###### (a) ギャグリスドキシプロピルトリメトキシシラン加水分解物の調製

回転子を備えた反応器中にギャグリスドキシプロピルトリメトキシシラン95.3gを仕込み、液温を $10^\circ\text{C}$ に保ち、マグネチックスーターで攪拌しながら0.01規定塩酸水溶液21.8

かかる反射防止膜を形成する物質としては、本質的に硬度の高い無機物が好ましく使用され金属、金属あるいは半金属の酸化物、フッ化物、ケイ化物、ホウ化物、炭化物、窒化物、硫化物などが挙げられる。

金属酸化物としては、 $\text{SiO}$ 、 $\text{SiO}_2$ 、 $\text{ZrO}_2$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{TiO}$ 、 $\text{TiO}_2$ 、 $\text{Ti}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Y}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Yb}_2\text{O}_3$ 、 $\text{MgO}$ 、 $\text{Ta}_2\text{O}_5$ 、 $\text{CeO}_2$ 、 $\text{HfO}_2$ などが挙げられる。フッ化物としては、 $\text{MgF}_2$ 、 $\text{AlF}_3$ 、 $\text{BaF}_2$ 、 $\text{CaF}_2$ 、 $\text{Na}_3\text{AlF}_6$ 、 $\text{Na}_5\text{Al}_3\text{F}_{14}$ などが挙げられる。金属窒化物としては、 $\text{Si}_3\text{N}_4$ などが挙げられる。

金属としてはCr、W、Taなどが挙げられる。

これらの物質は、一種のみならず二種以上を混合して使用することも可能である。

前記物質を単層または多層の反射防止膜として形成させる方法には、真空蒸着法、スパッタリング法、イオンプレーティング法、イオンビームアシスト法などが挙げられる。

gを徐々に滴下する。滴下終了後冷却をやめて、ギャグリスドキシプロピルトリメトキシシランの加水分解物を得た。

###### (b) 塗料の調製

前記シラン加水分解物に、メタノール216g、ジメチルホルムアミド216g、フッ素系界面活性剤0.5g、ビスフェノールA型エポキシ樹脂(シェル化学社製 商品名 エピコート827)67.5gを添加混合し、さらにコロイド状五酸化アンチモンゾル(日産化学社製商品名 アンチモンゾルA-2550 平均粒子径  $60 \text{ nm}$ )270g、アルミニウムアセチルアセトネート13.5gを添加し、充分攪拌した後、コーティング組成物とした。

###### (3) プラスチック成形体の作製

前記(1)によって得られた被コーティング樹脂に前記(2)で調製したコーティング組成物を引き上げ速度 $10 \text{ cm/分}$ の条件で被コーティング樹脂に浸漬塗布し、次いで $82^\circ\text{C}/12 \text{ 分}$ の予備硬化を行ないさらに $93^\circ\text{C}/4 \text{ 時間}$ 加熱してプラスチック

成形体を得た。

#### (4) 性能評価

得られたプラスチック成形体の性能は下記の方法に従って試験を行なった。結果は第1表に示す。

##### (イ) スチールウール硬度

#0000のスチールウールで塗面をこすり、傷つき具合を判定する。判定基準は、

A…強く摩擦しても傷がつかない。

B…かなり強く摩擦すると少し傷がつく。

C…弱い摩擦でも傷がつく。

ただし、こすり回数は5往復で行なった。

##### (ロ) 密着性

塗膜面に1mmの基材に達するゴバン目を塗膜の上から鋼ナイフで100個入れて、セロハン粘着テープ(商品名“セロテープ”ニチバン株式会社製品)を強くはりつけ、90度方向に急速にはがし、塗膜剥離の有無を調べた。

##### (ハ) 透明性

得られたプラスチック成形体を肉眼にてその透明性を観察した。判定基準は、

○…強い光を当ててもくもりは認められない。

△…強い光を当てるとくもりが認められる。

×…強い光を当てなくてもくもりが認められる。

##### (ニ) 反射干渉縞

得られたプラスチック成形体の下部に黒い布を置き、上方10cmの位置より蛍光灯を当てて反射光を肉眼で観察し、干渉縞の有無を判定した。

##### (ホ) 染色性

赤、青、黄3色からなる分散染料染液を調製し液温を93℃に保ち5分間染色を行なった。得られた染色成形体をカラーコンピューター(スガ試験機製)にて全光線透過率を測定した。判定基準は、全光線透過率50%以下を良とした。

##### (ヘ) 耐候性

得られたプラスチック成形体を屋外に3ヶ月曝露し、塗膜の密着性を評価した。

#### 実施例2

実施例1においてコーティング組成物を第1表に示す組成物に変える以外はすべて同様に行なった。

得られたプラスチック成形体の性能を第1表に示す。

#### 実施例3

実施例1において被コーティング樹脂をポリカーボネート(屈折率=1.58)に変える以外はすべて同様に行なった。

得られたプラスチック成形体の性能を第1表に示す。

#### 比較例1～3

実施例1においてコーティング組成物を第1表に示す組成物に変える以外はすべて同様に行なった。

得られたプラスチック成形体の性能を第1表に示す。

第 1 表

例No.	コーティング組成物 (固形分比)	透明性	硬 度	密着性	干渉縞	染色性	耐候性
実施例 1	GPS/Ep827/Sb <sub>2</sub> O <sub>5</sub> = 50/50/100	○	A	○	○	○	○
実施例 2	GMS/Ep827/Sb <sub>2</sub> O <sub>5</sub> = 50/50/100	○	A	○	○	○	○
実施例 3	GPS/Ep827/Sb <sub>2</sub> O <sub>5</sub> = 50/50/100	○	B	○	○	○	○
比較例 1	GPS/Ep827 = 50/50	○	B	○	×	○	×
比較例 2	GPS/Sb <sub>2</sub> O <sub>5</sub> = 50/50	○	A	○	△	×	○
比較例 3	Ep827/Sb <sub>2</sub> O <sub>5</sub> = 50/50	×	C	○	○	○	○
実施例 4	GPS/Ep152/Sb <sub>2</sub> O <sub>5</sub> = 50/50/100	○	A	○	○	○	○
実施例 5	GPS/EPC750/Sb <sub>2</sub> O <sub>5</sub> = 50/50/100	○	A	○	○	○	○
比較例 4	GPS/Ex-320/Sb <sub>2</sub> O <sub>5</sub> = 50/50/100	○	A	○	×	△	×
比較例 5	GPS/エポキシ化/ Sb <sub>2</sub> O <sub>5</sub> = 50/50/100 ブタジエン	—	—	—	—	—	—

GPS : γ-グリシドキシプロピルトリメトキシシラン  
 Ep827 : ビスフェノールA型エポキシ樹脂 (エポキシ当量 180~190)  
 Sb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> : コロイド状五酸化アンチモン水分散ソル  
 GMS : γ-グリシドキシプロピルメチルジエトキシシラン  
 Ep152 : ノボラック型エポキシ樹脂 (エポキシ当量 172~179)  
 EPC750 : 水添ビスフェノールA型エポキシ樹脂 (エポキシ当量 240~740)  
 Ex-320 : トリメチロールプロパンポリグリシジルエーテル (エポキシ当量 130)

#### 実施例 4~5、比較例 4~5

実施例 1 においてエポキシ樹脂を表 1 に示す化合物に変える以外はすべて同様に行なった。

得られたプラスチック成形体の性能を第 1 表に示す。ただし、比較例 5 においては相分離をおこし、コーティング不能であった。

#### 実施例 6

##### (1) 塗料の調製

実施例 1 で用いたコーティング組成物中にさらに遷移金属化合物としてアセチルアセトンCu (Ⅱ) 1.1g を加え、充分攪拌した後、コーティング組成物とした。

##### (2) 透明成形体の作成

実施例 1 で用いたと同じ活性化ガス処理されたプラスチック基体に、前記(1)で調製したコーティング組成物を引き上げ速度 10cm/分の条件で浸漬塗布し、次いで 82℃/12 分の予備硬化を行ないさらに 130℃/2 時間加熱して透明成形体を得た。

##### (3) 透明成形体の染色

赤、青、黄 3 色からなる分散染料染浴を調製し、液温を 93℃ に保ち、これに前記(2)で得た透明成形体を 10 分間浸漬し染色を行なった。得られた透明成形体は全光線透過率が 40% のブラウンに染色されたものであった。

##### (4) 染色耐光堅牢度試験

前記(3)で得られた透明成形体をフェードメーター (スガ試験機 (株) 製品) に 20 時間暴露し、暴露前後の全光線透過率を用い、下式によって耐光堅牢度を評価した。なお、数値の小さい方が染色品の耐光堅牢性が優れていることを意味し、遷移金属化合物を含む被膜が良好なことがわかる。試験結果は第 2 表に示す。

耐光堅牢度 (%) =

$$\{(T_2 - T_1) \div (T_0 - T_1)\} \times 100$$

T<sub>0</sub> : 染色前の全光線透過率

T<sub>1</sub> : 染色後、暴露前の全光線透過率

T<sub>2</sub> : 染色後、暴露後の全光線透過率

なお被膜の屈折率は 1.58 を有し、基体と被膜の屈折率の差による虹模様もなく外観は良好で

あった。

#### 実施例 7

実施例 6 において遷移金属化合物をアセチルアセトンNi (Ⅱ) に変える以外はすべて同様に行なった。試験結果を第 2 表に示す。

#### 比較例 6

実施例 6 において遷移金属の金属塩を添加せずその他はすべて同様に行なった。試験結果を第 2 表に示す。

第 2 表

実験例 番号	金 属 塩	試験結果 耐光堅牢度(%)
実施例 6	アセチル アセトンCu (Ⅱ)	32.3
実施例 7	アセチル アセトンNi (Ⅱ)	28.4
比較例 6	—	38.5

#### 実施例 8～11、比較例 7

第 3 表

例No.	蒸着物質	試験結果 耐光堅牢度(%)
実施例 8	SiO <sub>2</sub>	11.4
実施例 9	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	12.9
実施例 10	Yb <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	4.0
実施例 11	ZrO <sub>2</sub>	26.3
比較例 7	—	46.0

#### 実施例 12～13、比較例 8

実施例 8 において(2)の無機酸化物を第 4 表に示すとおりの多層膜に変える以外はすべて同様に行なった。

得られた透明成形体はいずれも赤紫色の反射干渉色を有する良好な反射防止透明成形体であった。他の試験結果は第 4 表に示す。なお、比較例として無機酸化物を被覆していないものについても試験した。

#### (イ) スチールウール硬度

#0000 のスチールウールで塗面をこすり、傷つき具合を判定する。判定基準は、

#### (1) コーティング物の染色

前記実施例 1 とまったく同様にして得られたコーティング物を赤、青、黄 3 色からなる分散染料浴を調製し染浴を 93℃ に保ち 5 分間染色を行なった。得られたコーティング物は全光線透過率が 50% のブラウン染色されたものであった。

#### (2) 透明成形体の作製

前記(1)によって得られた染色コーティング物を前処理としてイオンビームクリーニングを行ない SiO<sub>2</sub>、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、Yb<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、ZrO<sub>2</sub> をそれぞれ真空蒸着法で光学的膜厚を  $\lambda/2$  ( $\lambda$  は 521 nm) に設定して、両面に被覆させた。なお、比較例として無機酸化物を被覆させないものについても試験した。

#### (3) 染色耐光堅牢度試験

実施例 6 の方法に従って、まったく同様に行なった。試験結果を第 3 表に示す。ただし、テストは実施例 6 と同一日ではない。

A…強く摩擦しても傷がつかない。

B…かなり強く摩擦すると少し傷がつく。

C…弱い摩擦でも傷がつく。

ただし、こすり回数は 20 往復で行なった。

#### (ロ) 密着性

塗膜面に 1 mm の基材に達するゴバン目を被膜の上から鋼ナイフで 100 個入れて、セロハン粘着テープ(商品名“セロテープ”ニチバン株式会社製品)を強く貼り付け、90度方向に急速にはがし、被膜剥離の有無を調べた。

#### (ハ) 外観

得られた透明成形体を肉眼にてその透明性、着色度を観察した。

#### (ニ) 耐光堅牢度

実施例 6 と同様に行なった。ただし、テスト日は実施例 6 とは同一日ではない。

第 4 表

例	No.	蒸着物質*	試験			結果	
			スチールウール硬度	密着性	外観	密着性	耐候性
実施例12		$\text{Al}_2\text{O}_3/\text{ZrO}_2/\text{SiO}_2$ $=\lambda/4/\lambda/2/\lambda/4$	A	良好	良好	良好	22.8
実施例13		$\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Yb}_2\text{O}_3/\text{SiO}_2$ $=\lambda/4/\lambda/2/\lambda/4$	A	良好	良好	良好	19.6
比較例8		—	B	良好	良好	良好	46.0

\*  $\lambda=521\text{nm}$ 

なお、こすり回数は20往復で行なった。

## (ロ) 密着性

塗膜面に1mm間隔の基材に達するゴバン目を塗膜の上から鋼ナイフで100個入れて、セロハン粘着テープ(商品名“セロテープ”ニチバン株式会社製品)を強くはりつけ、90度方向に急速にはがし、塗膜剥離の有無を調べた。

## (ハ) 透明性

得られたプラスチック透明成形体を肉眼にてその透明性を観察した。判定基準は、

- …強い光を当ててもくもりは認められない。
- △…強い光を当てるとくもりが認められる。
- ×…強い光を当てなくてもくもりが認められる。

## (ニ) 反射干渉縞

得られたプラスチック成形体の下部に黒い布を置き、上方10cmの位置より蛍光灯を当てて反射光を肉眼で観察し、干渉縞の有無を判定した。

## (ホ) 耐候性

## 実施例14

## (1) 反射防止膜の作製

前記実施例8で用いたと同じコーティング被膜の上に無機物質の $\text{ZrO}_2/\text{TiO}_2$ ,  $\text{Ta}_2\text{O}_5$ ,  $\text{SiO}_2$ を真空蒸着法でこの順序にそれぞれ光学的膜厚を $\lambda/4$ ( $\lambda$ は521nm)に設定して、レンズの両面に多層被覆させた。

得られた反射防止プラスチック透明成形体の反射干渉色はグリーンを呈し、全光線透過率は98%であった。

## (2) 性能評価

得られたプラスチック透明成形体の性能は下記の方法に従って試験を行なった。結果は第5表に示す。

## (イ) スチールウール硬度

#0000のスチールウールで塗面をこすり、傷つき具合を判定する。判定基準は、

- A…強く摩擦しても傷がつかない。
- B…かなり強く摩擦すると少し傷がつく。
- C…弱い摩擦でも傷がつく。

得られたプラスチック成形体を屋外に3ヶ月暴露し、塗膜の密着性を評価した。

## 実施例15

実施例14においてコーティング組成物を第5表に示す組成物に変える以外はすべて同様に行なった。

得られたプラスチック成形体の性能を第5表に示す。

## 比較例9~11

実施例14においてコーティング組成物を第5表に示す組成物に変える以外はすべて同様に行なった。

得られたプラスチック成形体の性能を第5表に示す。

## 比較例12

実施例14においてコーティング組成物の塗布をせず、そのほかはすべて同様にして反射防止性を有するプラスチック成形体を得た。

得られたプラスチック成形体の性能を第5表に示す。

第 5 表

例 No.	コーティング組成物 (固形分比)	透明性	硬 度	密着性	干渉縞	耐候性
実施例 14	GPS/Ep827/Sb <sub>2</sub> O <sub>5</sub> = 50/50/100	○	A	○	○	○
実施例 15	GPS/GMS/Ep827/Sb <sub>2</sub> O <sub>5</sub> = 25/25/50/100	○	A	○	○	○
比較例 9	GPS	○	C	○	×	×
比較例 10	GPS/Ep827/MS = 50/50/100	○	A	○	×	×
比較例 11	GPS/Ep827 = 10/90	○	C	○	○	×
比較例 12	—	○	C	○	○	×

GPS : γ-グリシドキシプロピルトリメトキシシラン  
 GMS : γ-グリシドキシプロピルメチルジエトキシシラン  
 Ep827 : ビスフェノール A 型エポキシ樹脂  
 Sb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> : コロイド状五酸化アンチモン水分散ゾル  
 MS : メタノールシリカゾル

#### 「発明の効果」

本発明によって得られる透明成形体は、耐すり傷性、耐摩耗性、耐衝撃性、耐薬品性、可撓性、耐熱性、耐光性、耐候性、染色性などに優れ、染色品についてはその耐光堅牢度が良好な透明成形体とすることができる。さらに芳香環やハロゲン原子を含む（フッ素を除く）屈折率の高いプラスチックに干渉縞による外観不良を生じることなく、前記の特性を付与することができる。また一般のプラスチックの難燃性向上に効果があり、高い屈折率を有する透明基体に適用しても、干渉縞の発生がなく、さらに耐久性のある高硬度表面を有し、かつ染色品の耐光堅牢度が良好であることから、厚みの薄い視力矯正用レンズはもとより、カメラ、双眼鏡などのレンズにも好ましく使用される。

特許出願人 東レ株式会社